



Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 23.V.1970 (P 140 825)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 30.XI.1972

Kl. 12g,1/01

MKP B01j 1/00

UKD

Współtwórcy wynalazku: Wiesław Wojnowski, Maria Wojnowska

Właściciel patentu: Politechnika Gdańska, Gdańsk (Polska)

Sposób odwadniania rozpuszczalników

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób odwadniania rozpuszczalników. Znany jest sposób odwadniania rozpuszczalników za pomocą czterochlorku krzemowego, który polega na wprowadzeniu go do uwodnionego rozpuszczalnika, przy czym ilość dodawanego czterochlorku krzemowego jest równa przewidywanej zawartości wody w rozpuszczalniku a powstający we wtórnej reakcji koloidalny osad kwasów polikrzemowych oddziela się przez filtrowanie.

Niedogodnością tego sposobu jest możliwość ponownego uwodnienia osuszonego już rozpuszczalnika podczas filtracji osadu kwasów polikrzemowych a ponadto, co jest główną wadą wymienionego sposobu, niemożliwość usunięcia znacznych ilości chlorowodoru, powstającego w reakcji czterochlorku krzemowego z wodą, który przeszkadza, np. w reakcji Grignarda.

Celem wynalazku jest opracowanie sposobu odwadniania rozpuszczalników, który pozwoli wyeliminować podane wyżej niedogodności oraz skrócić czas trwania procesu, jak również zapewnić większe bezpieczeństwo pracy.

Cel ten został osiągnięty przez zastosowanie, jako środka wiążącego wodę, dwusiarczku krzemowego.

Sposób odwadniania rozpuszczalników według wynalazku polega na wprowadzeniu do rozpuszczalnika obliczonej ilości dwusiarczku krzemowego, użytego w niewielkim nadmiarze w stosunku

2

do spodziewanej ilości wody. Aparatura musi być szczelna i posiadać wyprowadzenia dla wytwarzającego się siarkowodoru, np. do palnika lub absorbera. Zależnie od wymagań, odwodniony rozpuszczalnik destyluje się lub dekantuje, filtruje lub wiruje celem oddzielenia od osadu, który stanowią głównie kwasy polikrzemowe.

Korzyści wynikające z zastosowania powyższego sposobu, w przypadku np. eteru, polegają na jednoczesnym usunięciu alkoholu, którego obecność w eterze jest równie niepożądana jak obecność wody, zwłaszcza, gdy ma on być użyty dla syntez Grignarda, zaś w przypadku np. czterohydrofuranu — na równoczesnym odwodnieniu, związaniu stabilizatorów i usunięciu nadtlenu.

Sposób odwadniania rozpuszczalników według wynalazku ilustrują podane niżej przykłady.

Przykład I. W kolbie zaopatrzonej w chłodnicę zwrotną i mieszadło umieszczono 50 g 60%-owego dwusiarczku krzemowego, wlewo z wkraplacza 1 dm³ metanolu i ogrzewano. Wylot chłodnicy podłączony jest do palnika gazowego, w którym spala się wydzielający się H₂S. Metanol oddestylowany po 3 godzinach z roztworu uzyskanego po zdekantowaniu znad osadu zawierał poniżej 0,01% wody. Próbkę porównawczą tego samego wyjściowego metanolu suszona za pomocą metalicznego wapnia przez 4 doby zawierała 0,013% wody.

Przykład II. W aparaturze jak w przykładzie

dzie I umieszczono 50 g 60%-owego dwusiarczku krzemowego i wkropiono z wkraplacza 1 dm³ czterohydrofuranu. Mieszano 4 godziny. Oznaczenie wody w oddestylowanym rozpuszczalniku, z próbki cieczy uzyskanej przez odwirowanie osadu lub odsączenie, wykazało, że jest jej trzykrotnie mniej niż w próbce porównawczej, osuszanej za pomocą stopu sodu i potasu, tzn. mniej niż 0,1%.

Przykład III. W aparaturze jak w przykładzie I umieszczono 100 g technicznego dwusiarczku krzemowego i wiano 1 dm³ surowego, tech-

nicznego eteru etylowego. Eter oddestylowany z nad osadu po 3-godzinym ogrzewaniu był tak suchy (zawierał poniżej 0,01% wody), że reakcja Grignarda między magnezem i bromkiem etylowym zachodziła bez aktywacji.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób odwadniania rozpuszczalników, **znamien-ny tym**, że jako środek wiążący wodę stosuje się dwusiarczki krzemowy.